



Espacenet

Bibliographic data: JP 54053687 (A)

COMPOSITION FOR FORMING THERMAL DECOMPOSITION PARTICLE CONTAINING NO SOLVENT NOR RESIN

Publication date: 1979-04-27

Inventor(s): JIEIMUZU DEBITSUDO BURATSUKUHO; DEBITSUDO KOORIN FUIRITSUPUSU; EMIIRU
MAIKERU FUOOTO; HAABAADO EBERETSUTO BIETSUSHIY

Applicant(s): WESTINGHOUSE ELECTRIC CORP

Classification: - **international:** *C09D5/26; C09K3/00; C09K5/00; G01K11/00;* (IPC1-7): C09K5/00
- **European:** *C09D5/26; G01K11/00*

Application number: JP19780111823 19780913

Priority number (s): US19770833623 19770915

Also published as:

- [DE 2837162 \(A1\)](#)
- [SE 7809697 \(A\)](#)
- [IT 1107371 \(B\)](#)
- [GB 1604717 \(A\)](#)
- [ES 473113 \(A1\)](#)
- [more](#)

Abstract not available for JP 54053687 (A)

⑫公開特許公報 (A)

昭54—53687

⑤Int. Cl.²
C 09 K 5/00識別記号 ⑤日本分類
13(9) B 4庁内整理番号
7419—4H⑬公開 昭和54年(1979)4月27日
発明の数 2
審査請求 未請求

(全 5 頁)

⑭無溶媒、樹脂不含熱分解粒子生成組成物

州ピッツバーグ・ドルマン・ロ
ード7959

⑯特 願 昭53—111823

⑰発 明 者 エミール・マイケル・フオート
アメリカ合衆国ペンシルベニア
州マリスビル・ヒツコリイ・ヒ
ル3828

⑱出 願 昭53(1978)9月13日

優先権主張 ⑲1977年9月15日⑳米国(US)
㉑S.N.833623㉒発 明 者 ジェイムズ・デビッド・ブラッ
クホール・スミス
アメリカ合衆国ペンシルベニア
州タートル・クリーク・ブライ
アリッジ・ドライブ104
同 デビッド・コーリン・フィリッ
プス
アメリカ合衆国ペンシルベニア㉓出 願 人 ウェスチングハウス・エレクト
リック・コーポレーション
アメリカ合衆国ペンシルベニア
州ピッツバーグ・ゲイトウェイ
・センター(番地なし)

㉔代 理 人 弁理士 曾我道照

最終頁に続く

明 細 書

1. 発明の名称

無溶媒、樹脂不含熱分解粒子生成組成物

2. 特許請求の範囲

1. 60℃では安定で80℃～200℃の間の温度で熱分解して粒子を生成する少くとも1種の化合物と、前記化合物と非反応性で且つ前記化合物の熱分解粒子生成温度で安定な少くとも1種のグリースとを含有することを特徴とする、無溶媒、樹脂不含熱分解粒子生成組成物。
2. グリースが熱分解粒子生成化合物の熱分解粒子生成温度より高い温度で、80℃～200℃で熱分解粒子を生成するグリースである特許請求の範囲第1項記載の組成物。
3. グリースが熱分解粒子生成化合物の熱分解粒子生成温度より少くとも20℃高い温度で熱分解粒子を生成するグリースである特許請求の範囲第2項記載の組成物。
4. 熱分解粒子生成化合物の量がグリース100

重量部当り10～300重量部である特許請求の範囲第1項または第2項または第3項に記載の組成物。

5. 熱分解粒子生成化合物の量がグリース100重量部当り150～250重量部である特許請求の範囲第4項記載の組成物。
6. 熱分解粒子生成化合物：グリースの重量比が約2：1である特許請求の範囲第1項記載の組成物。
7. 熱分解粒子生成化合物がアセチルアセトン酸重鉛である特許請求の範囲第1項ないし第6項のいずれかに記載の組成物。
8. 熱分解粒子生成化合物が、溶媒中にアセチルアセトン酸重鉛およびグリースを溶解したものから溶媒を蒸発して造つたものである特許請求の範囲第7項記載の組成物。
9. ガス流を含む電気装置に前記ガス流中の粒子を検知し且つ前記粒子が検知されたら信号を発するための監視器を備えることによつて過熱による損傷から前記電気装置を保護し、

1字削除
2字加ふ

過熱後の該過熱場所を決定する方法において、60℃で安定で80℃～200℃の間の温度で熱分解して粒子を生成する少くとも1種の化合物と、前記化合物と非反応性で且つ前記化合物の熱分解粒子生成温度で安定な少くとも1種のグリースを含有する組成物を造り、前記組成物を前記電気装置の前記ガス流に露出される場所に施し、前記ガス流の粒子の存在を監視することを特徴とする、電気装置を過熱による損傷から保護し、過熱発生後その過熱発生場所を決定する方法。

10 グリースが熱分解粒子生成化合物の熱分解粒子生成温度より高い温度で80℃～200℃で熱分解粒子を生成するグリースである特許請求の範囲第9項記載の方法。

11 グリースが熱分解粒子生成化合物の熱分解粒子生成温度より少くとも20℃高い温度で熱分解粒子を生成するグリースである特許請求の範囲第10項記載の方法。

12 熱分解粒子生成化合物の量がグリース100

重量部当り10～300重量部である特許請求の範囲第9項または第10項または第11項記載の方法。

13 熱分解粒子生成化合物の量がグリース100重量部当り150～250重量部である特許請求の範囲第12項記載の組成物。

14 熱分解粒子生成化合物：グリースの重量比が約2：1である特許請求の範囲第9項記載の方法。

15 熱分解粒子生成化合物がアセチルアセトン酸重鉛である特許請求の範囲第9項ないし第14項のいずれかに記載の方法。

16 熱分解粒子生成化合物が溶媒中にアセチルアセトン酸重鉛およびグリースを溶媒中に溶解したものから溶媒を蒸発して造つたものを使用する特許請求の範囲第15項記載の方法。

2 発明の詳細な説明

この発明は熱分解粒子生成組成物 (thermo-particulating composition) ならびに電気装置を過熱による損傷から保護する方法および過

熱箇所を決定する方法に関する。

電気装置例えばモータおよびタービン発電機は短絡その他の故障のために時々過熱されることがある。過熱期間が長ければ長いほど、より大きな損傷が装置に生ずる。故障が即座に発見されれば、速やかに修理されるが、しかし過熱が続くと機械全体が損傷するだらう。

大型の回転電気装置は普通水素ガス流で冷却される。前記装置中の有機化合物は過熱により最初に影響を受け、それらは分解して粒子を生じ、前記ガス流中に入る。監視装置はガス流中の粒子を検知し、警報を発し、過度に多くの粒子が検知されると装置を休止させる。しかし装置中にある普通の有機化合物より低い温度で分解して検知可能な粒子を生ずる化合物を含有する特殊な被覆を装置に施すことができる。

現在まで大抵の熱分解粒子生成組成物は空気乾燥性樹脂の溶液中の熱粒子化化合物からなるものであつた。この組成物は発電機の内側区域に施され、溶媒が蒸発すると固体の被覆が生成する。

しかし発電機には例えば平行リングの内側のような鱗片状剥離物 (flaking) が通路をふさぐような場所があるから、このようなところには樹脂被覆は使用できない。また樹脂被覆から発散する残留溶媒は監視装置に誤つた信号を与えることがある。

これらの理由のために、米国特許第3955417号に記載のグリースが鱗片状剥離物を生じないし、かつ溶媒を含まないから一層適當である。しかしこれらのグリースを使用する主たる欠点はそれらが非常に低温度で熱分解粒子を生成しないことである。従つてかなりの損傷が既に生じてしまうまで警報が発せられない。

この発明による無溶媒樹脂不含組成物は60℃では安定で、80℃～200℃で熱分解して粒子を生成する (thermoparticulate) 少くとも1種の化合物および前記化合物と非反応性で且つ前記化合物の熱分解粒子生成温度で安定な少くとも1種のグリースを含有する。

この発明はまたガス流を含み、且つ前記ガス

流中の粒子を検知し前記粒子が検知されたら信号を発する監視装置を備えた電機装置の過熱による損傷から保護し、過熱発生後にその過熱箇所を決定する方法において、60℃では安定で80℃~200℃で熱分解粒子を生成する少くとも1種の化合物および前記化合物と非反応性で且つ前記化合物の熱分解粒子生成温度で安定な少くとも1種のグリースからなる無溶媒樹脂不含組成物を造り、前記組成物を電機装置の前記ガス流に露出している場所に施し、前記ガス流中の粒子の存在について前記ガス流を監視することを含む、電機装置を過熱による損傷から保護し、過熱発生後にその過熱箇所を決定する方法をも包含するものである。

熱分解粒子生成化合物は最終組成物中に溶媒または樹脂を使用しなくてもグリース中に直接配合できることが判明した。前記化合物はそれらが樹脂中から熱分解粒子を生成のと同じ位容易に、且つ同じ温度で、グリースから熱分解粒子を生成する。その上、熱分解粒子生成グリー

ウム塩、マロン酸およびその誘導体、アセチルアセトン酸金属塩、ブロックドイソシアネート、スルホン酸(1975年12月30日出願の米国特許願シリアル6645164号)およびジチオカルバミン酸金属塩(1975年11月21日出願に係る米国特許願シリアル6634217号)が含まれる。特に有用な熱分解粒子生成化合物はアセチルアセトン酸亜鉛である。これは前記アセチルアセトン酸亜鉛が低温度で熱分解して粒子を生成し、強い信号を生ずるからである。熱分解粒子生成化合物の混合物も使用でき、それによつて温度上昇と共に一連の信号を生ずる。

熱分解粒子を生成しないグリースを使用できるけれども、グリースが熱分解粒子生成化合物より高い温度で、そして好適には少くとも20℃高い温度で熱分解粒子を生成する熱分解粒子生成グリースであるのが好適であり、その結果二つの別個の信号が受信され、それによつて過熱が生じているという付加的な情報を与える。熱分解粒子生成グリースは米国特許第3955417

スを使用すると、それもまた熱分解粒子を生成し、付加的な信号を生ずる。

この発明の混合グリースは発電機の内部の部分に容易に施すことができる。それは鱗片状に剥離することもないし、また溶媒蒸気を発散することもない。

この発明による適当な組成物はグリース100重量部当り10~300重量部の熱分解粒子生成化合物、好適にはグリース100重量部当り150~250重量部の熱分解粒子生成化合物を含有する。

80℃~200℃で熱分解粒子生成化合物は業界において周知である。このような化合物の広範なリストは米国特許第3957014号に、1975年4月15日出願に係る米国特許願シリアル6568218号、1977年5月12日付特許出願に係る米国特許願シリアル6796242号に見出すことができる。これらの内容はこれらを参照することによつてこの明細書に組入れるものとする。このような化合物の系統にはジアゾニ

号に記載され、その内容はこれらを参照することによつてここに組入れられる。この発明はグリースの混合物の使用をも意図するものである。

この発明の熱分解粒子生成グリース組成物は熱分解粒子生成化合物とグリースとを均質な混合物が生ずるまで単に混合することによつて普通造られる。しかし、例えばアセチルアセトン酸亜鉛のようなある種の熱分解粒子生成化合物はうまく混合されない。これらの化合物については前記化合物を、そして好適にはグリースをも、フレオン113($\text{C}_2\text{F}_5\text{CFC}_2\text{F}_2$)のような溶媒に溶解することが必要である。溶媒を次いで蒸発させれば得られた最終組成物は溶媒を含まず、また有機樹脂をも含まないものとなる。組成物中に溶媒が存在しないから、発電機中で残留溶媒蒸気による問題も生じない。この発明の組成物中には樹脂が存在しないから、樹脂の鱗片状剥離物による導管の閉塞の問題も生じないし、従つて樹脂の分解から信号を生ずると云つた問題も生じない。この発明の組成物は所定

スズ正

の場所に止めておくのに過度に液状であるから、少量(約20%まで、好適には約3%~約5%)の鋸末剤例えば細かく分割したシリカ〔例えばカルボシル(Car-O-Sil)商品名〕を含んでいてもよい。前記組成物は冷却用水素ガス流に露出される発電機の内側区域に拭い付け或は他の手段によつて施される。前記組成物は発電機の平行リングの内側表面、分解樹脂からの鱗片状物(flaking)が導管を閉塞できるような場所または溶媒が容易に蒸発できるような場所に適用自在である。

次に例を掲げてこの発明を説明する。

例

熱分解粒子生成化合物2重量部：グリース/重量部の比で種々の熱分解粒子生成化合物と種々の熱分解粒子生成グリースとの組成物を造つた。前記組成物はアセチルアセトン酸亜鉛含有組成物以外は上記化合物とグリースとを均質になるまで練合することによつて造つたが、アセチルアセトン酸亜鉛含有組成物はフレオン113

中のグリースとアセチルアセトン酸亜鉛との80%固形分溶液を造ることによつて造つた。組成物を厚さ0.25mm(10ミル)、10cm(4インチ)×2.5cm(1インチ)のアルミニウム箔状物に約0.025(1ミル)~0.075mm(3ミル)の厚さに塗布し、60℃で16時間エージングした。しかしベンゼンスルホン酸およびベンゼンジスルホン酸含有組成物はそれらが60℃で流れる傾向があるからエージングは行わなかつた。

試料(複数)を2.5cm(1インチ)不銹鋼管内の不銹鋼ポートに一度においた。水を76/分の流速で試料上を通した。位相管理温度調整装置(Phase-Controlled temperature regulator)およびプログラマーがポート中の温度を制御し、ポート中の温度をポート中の小孔内にクロメル-アロメル熱電対を取付けることによつて測定した。熱電対および検知器の出力を2個の自記静電位記録計によつて監視した。ポート中に試料を挿入後の各実験において6℃/分

の加熱速度を保つた。かなりの熱分解粒子生成が起る限界温度を記録計によつて読みとられたチャートから記録した。粒子生成は発電機状態監視器(Generator Condition Monitor)または凝縮核監視器(Condensation Nuclei Monitor)を使用して検出した。両監視器はともにエンバィロメント・ワン・コーポレーション(Environment One Corporation)により販売されている。

結果を下記の表に掲げる。

グリース	表	
	熱分解粒子生成化合物	有機熱分解粒子生成温度範囲(℃)
PTFE ¹⁾ のテロマー約20重量%とPFAP ²⁾ 約80重量%との混合物(デュボンにより「Krytox 240-AD」の商標名で販売)	なし	194~198
ポリユリア増粘炭化水素油(「Onevron BRB2」の商標名でシェフロン・オイル・コンパニィより市販)	なし	181~184

グリース	熱分解粒子生成化合物	有機熱分解粒子生成温度範囲(℃)
コロイド状銅モリブデン硫化物と炭化水素油とからできたグリース(「Fol-Pro 0-100」の商標名でフェル-プロコンパニィより市販)	なし	174~178
Krytox 240-AD	アセチルアセトン酸亜鉛	132~142
Krytox 240-AD	マロン酸	133~140
Krytox 240-AD	p-クロルベンゼン-ジアゾニウムペンタフルオロホスフェート(「Phosfluor-gen 'A」の商標名でオザーク・マホーニング・コンパニィより販売)	125~129
Krytox 240-AD	ベンゼンスルホン酸	125~128
Krytox 240-AD	ベンゼンジスルホン酸	147~153

1) PTFE・・・ポリテトラフルオロエチレン

2) PFAP・・・パーフルオロアルキルポリエーテル

有機熱分解粒子生成温度範囲の最初の温度はイオン室監視器に警報が発せられた時の試料の温度で、有機熱分解粒子生成温度範囲の2番目の温度はイオン室の電流がその正常値の約半分

(すなわち約 0.8 mA から約 0.14 mA) に低下した時の温度である。

第 1 頁の続き

⑦発 明 者 ハーバード・エベレット・ピエツシユ、
アメリカ合衆国ペンシルベニア
州モンロービル・ストロツシエ
ン・ロード2679

特許出願人代理人 曾 我 道 照